

## FILM FORMATION METHOD AND FILM FORMATION APPARATUS

## FILM FORMATION METHOD AND FILM FORMATION APPARATUS

Patent Number: JP5206036

Publication date: 1993-08-13

Inventor(s): AOYANAGI KATSUNOBU; others: 02

Applicant(s): RIKAGAKU KENKYUSHO

Requested Patent:  JP5206036

Application Number: JP19920014991 19920130

Priority Number(s):

IPC Classification: H01L21/205

EC Classification:

EC Classification:

Equivalents: JP3126787B2

### Abstract

**PURPOSE:** To make it possible to form a thin film having an excellent in-plane uniformity, ALE condition, crystal quality, acute steepness of heterointerface, and others without damaging a substrate.

**CONSTITUTION:** A substrate 3 is arranged in a vacuum chamber 1 which is evacuated at a given degree of vacuum and heated. At the same time, with a gas ejection mechanism having a nozzle 6 arranged toward the substrate 3, and a high-speed switching valve 8 which provided near the nozzle 6, a material gas is ejected to the substrate 3 intermittently or continuously to grow crystals on the surface of the substrate 3 for the formation of a film.

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-206036

(43) 公開日 平成5年(1993)8月13日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
H 01 L 21/205  
// H 01 L 21/20

識別記号  
7454-4M  
9171-4M

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21) 出願番号 特願平4-14991

(22) 出願日 平成4年(1992)1月30日

(71) 出願人 000006792

理化学研究所

埼玉県和光市広沢2番1号

(72) 発明者 青柳 克信

埼玉県和光市広沢2番1号 理化学研究所  
内

(72) 発明者 尾篠 一成

埼玉県和光市広沢2番1号 理化学研究所  
内

(72) 発明者 目黒 多加志

埼玉県和光市広沢2番1号 理化学研究所  
内

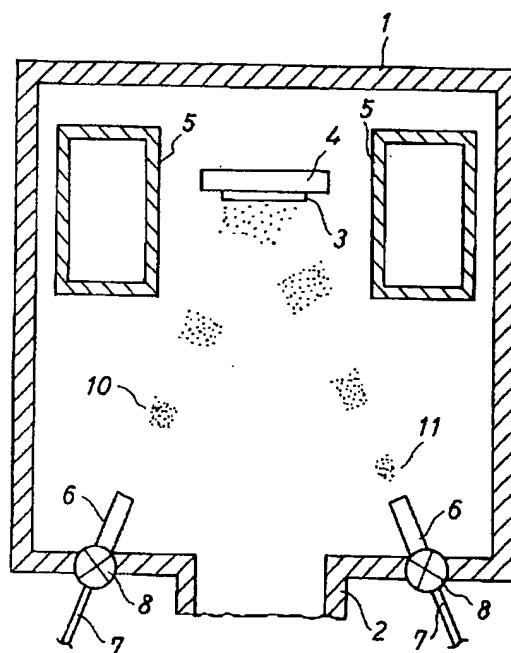
(74) 代理人 弁理士 須山 佐一

(54) 【発明の名称】 成膜方法および成膜装置

(57) 【要約】

【目的】 基板に損傷を与えることなく、面内均一性、ALE条件、結晶の質、ヘテロ界面の急峻性等が良好な薄膜を形成することのできる成膜方法および成膜装置を提供する。

【構成】 所定の真空度に設定した真空チャンバー1内に基板3を配設して加熱するとともに、基板3に向けて配置されたノズル6およびこのノズル6に近接して設けられた高速開閉バルブ8を有するガス射出機構によって、基板3に向けて所定の原料ガスを断続的あるいは連続的に噴出させ、基板3面に結晶を成長させて成膜を行う。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 所定の真空中に設定した真空チャンバ内に基板を配設して加熱するとともに、前記基板に向けて配置されたノズルおよびこのノズルに近接して設けられた開閉弁を有するガス射出機構によって、前記基板に向けて所定の原料ガスを断続的あるいは連続的に噴出させ、前記基板面に結晶を成長させて成膜を行うことを特徴とする成膜方法。

【請求項2】 所定の真空中に設定可能に構成された真空チャンバと、

前記真空チャンバ内に配設され、成膜を行う基板を支持および加熱する基板支持機構と、  
前記基板に向けて配置されたノズルおよびこのノズルに近接して設けられた開閉弁を有し、前記基板に向けて所定の原料ガスを断続的あるいは連続的に噴出させるガス射出機構とを具備したことを特徴とする成膜装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、G a A s の薄膜等を、  
気相成長により形成する成膜方法および成膜装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来から、基板表面に、例えばG a A s の薄膜等を成膜する方法として、真空チャンバ内に設けた基板を加熱し、この真空チャンバ内に所定の原料ガスを導入して、熱分解により基板表面に結晶を成長させて成膜する方法や、荷電粒子を用いて基板表面に結晶を成長させ、成膜する方法等が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上述した方法のうち、荷電粒子を用いた従来の成膜方法では、数十e V～数百e V以上のエネルギーを有する荷電粒子が基板に作用するため、基板が損傷を受けるという問題がある。また、熱分解を用いた従来の成膜方法では、このような問題は起きないが、原料ガスの切り替えを速やかに行なうことが困難であり、ヘテロ界面の急俊性が損なわれたり、反応の制御性が悪く、面内均一性、A L E 条件、結晶の質等を改善することが望まれている。

【0004】 本発明は、かかる従来の事情に対処してなされたもので、基板に損傷を与えることなく、面内均一性、A L E 条件、結晶の質、ヘテロ界面の急俊性等が良好な薄膜を形成することのできる成膜方法および成膜装置を提供しようとするものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明の成膜方法は、所定の真空中に設定した真空チャンバ内に基板を配設して加熱するとともに、前記基板に向けて配置されたノズルおよびこのノズルに近接して設けられた開閉弁を有するガス射出機構によって、前記基板に向けて所定の原料ガスを断続的あるいは連続的に噴出させ、前記

2

基板面に結晶を成長させて成膜を行うことを特徴とする。

【0006】 また、本発明の成膜装置は、所定の真空中に設定可能に構成された真空チャンバと、前記真空チャンバ内に配設され、成膜を行う基板を支持および加熱する基板支持機構と、前記基板に向けて配置されたノズルおよびこのノズルに近接して設けられた開閉弁を有し、前記基板に向けて所定の原料ガスを断続的あるいは連続的に噴出させるガス射出機構とを具備したことを特徴とする。

## 【0007】

【作用】 上記構成の本発明の成膜方法および成膜装置では、ノズルに近接して設けられた開閉弁を開閉することにより、ノズルから基板に向けて断続的あるいは連続的に勢い良く、原料ガスを噴出させる。すなわち、この原料ガスは、ガス供給配管内の圧力と、真空チャンバ内の圧力との差によって基板方向に大きな速度を持つ分子だけが引き出され、進行方向の運動エネルギーの成分が、これと垂直な運動エネルギーの成分に比べて非常に大きな指向性の高い、ガス流として（断続供給の場合は高密度の短時間分子パルスとして）基板に供給される。

【0008】 すなわち、本発明によれば、図3に示すように、ノズルから射出するガス分子は、進行方向の速度成分についてはある値を中心とする比較的狭い分布（a）を示し、進行方向と垂直な速度成分（b）についてはほぼゼロである。これに対して、熱分解を用いた従来の方法による場合、原料ガスを真空チャンバ内に供給するノズルと、開閉弁との間等の配管内において、ガス分子の進行方向の速度成分が減少し、図4に示すように、進行方向の速度成分（a）および進行方向と垂直な速度成分（b）ともに、不揃いな広い分布となっている。

【0009】 このように、指向性の高い高密度のガス流によって成膜を行うと、基板に損傷を与えることがなく、良質な薄膜を形成することができる。

【0010】 すなわち、他のガス分子がほとんどない状態で、運動エネルギーの高い所定のガス分子を基板面に供給することができるので、マイグレーションを促進させることができ、質の良い結晶を成長させることができる。また、断続供給の場合にはガス分子が基板面に到達する時間の制御性が高くなるので、反応時間の位相が揃った状態で成膜を行うことができ、面内均一性、A L E 条件の改善を図ることができる。さらに、原料供給の高速切り替えを行うことができ、ヘテロ界面の急俊性を向上させることができる。

【0011】 なお、原料ガスとしては、例えば、3族原料の場合、トリメチルガリウム等の有機金属あるいは塩化ガリウム等の塩化物、5族原料の場合、アルシンやホスフィン等の水素化物、トリメチル砒素等の有機金属、塩化砒素等の塩化物等を用いることができる。

## 【0012】

【実施例】以下、本発明の一実施例を図面を参照して説明する。

【0013】図1は、本発明の一実施例の装置の構成を示すもので、図において符号1は縦断面がほぼ円形に形成された円筒状の真空チャンバを示している。この真空チャンバ1には、真空ポンプ(図示せず)等に接続された排気配管2が配設されており、内部を所定の真空中に設定することができるよう構成されている。

【0014】また、上記真空チャンバ1内には、加熱用ヒータ(図示せず)を備え、基板3を保持しつつ、この基板3を加熱可能に構成されたホルダ4が設けられており、このホルダ4の周囲には、液体窒素によって冷却可能に構成された液体窒素シュラウド5が設けられている。

【0015】また、真空チャンバ1内には、上記ホルダ3に向けて突出する如く、2つのノズル6が設けられている。これらのノズル6は、いわゆる断熱膨脹ノズルであって、図2にその横断面を示すように、ガス通路6aには、隙路6bが形成されており、この隙路6bの両側には、隙路6bに向けてガス通路断面が徐々に小さくなるようテーパ部6c、6dが形成されている。さらに、これらのノズル6にはそれぞれガス供給配管7が接続されており、ガス供給配管7には、ノズル6に近接して高速開閉バルブ8が介挿されている。

【0016】なお、この高速開閉バルブ8としては、1ミリ秒ないし10ミリ秒程度の時間で開閉可能なものを使用する。また、ノズル6と高速開閉バルブ8とはできるだけ近接して配置し、少なくともこれらの間が直線的に結ばれ、高速開閉バルブ8の開閉に伴って、ガス供給配管7側からノズル6側へ、これらの間の圧力差によって噴出するガス分子の噴出方向の運動エネルギーが損なわれないようにする必要がある。

【0017】このように構成されたノズル6等のガス供給機構は、供給するガス種の数に応じて設けられるものであり、例えば3種類のガスを供給しながら成膜を実施する場合は、3つ設ける必要がある。

【0018】以下、上記構成の装置を用いて、断続的に原料供給を行って、基板3上にGaNの薄膜を形成する場合について説明する。

【0019】まず、一方のガス供給配管7に、トリメチルガリウム(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>Ga)を供給することのできる原料ガス供給源を接続し、もう一方のガス供給配管7に、アルシン(AsH<sub>3</sub>)を供給することのできる原料ガス供給源を接続する。なお、トリメチルガリウムの場合、原料ガス供給源からの圧力は、0.1～0.2気圧程度となる。また、アルシンについては、0.1～20気圧程度となる。

【0020】そして、ホルダ4に基板3を配置して、この基板3を200～600℃に加熱し、高速開閉バルブ8を

所定パルス幅、例えば50ミリ秒以下程度となるように、交互に断続的に開閉する。すると、図1に模式的に示すように、トリメチルガリウムガス分子の分子パルス10、アルシンガス分子の分子パルス11が、交互に基板3表面に到達し、基板3上にGaNの薄膜が形成される。

【0021】このように、本実施例では、ノズル6(断熱膨脹ノズル)の直前で高速開閉バルブ8を開閉するので、ガス供給配管7内の圧力と、真空チャンバ1内の圧力との差によってガス分子が加速され、図3に示したように、進行方向の運動エネルギーの成分が、これと垂直な運動エネルギーの成分に比べて非常に大きな指向性の高い、高密度の短時間分子パルスが基板3に供給される。なお、この時の分子パルス(ガス分子)の持つエネルギーは、100meV～1eV程度であると推定される。これは、従来の荷電粒子を用いた結晶成長および、熱分解による結晶成長の中間のエネルギー領域である。

【0022】したがって、他のガス分子がほとんどない状態で、運動エネルギーの高い所定のガス分子を基板3に供給することができるので、マイグレーションを促進させることができ、質の良い結晶を成長させることができる。また、ガス分子が基板3に到達する時間の制御性が高くなるので、反応時間の位相が揃った状態で成膜を行うことができ、面内均一性、ALE条件の改善を図ることができる。さらに、原料供給の高速切り替えを行うことができ、ヘテロ界面の急峻性を向上させることができる。

## 【0023】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の成膜方法および成膜装置によれば、基板に損傷を与えることがなく、また、マイグレーションの促進により、良好な結晶を得ることができる。断続供給の場合には、さらに、反応の時間位相が揃うので、面内均一性およびALE条件の改善を計ることができるとともに、原料ガスを高速で切り替えることができるので、ヘテロ界面の急峻性を確保することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の成膜装置の構成を示す図。

【図2】図1の成膜装置の要部構成を拡大して示す図。

【図3】本発明方法におけるガス分子の運動エネルギーの状態を説明するための図。

【図4】従来方法におけるガス分子の運動エネルギーの状態を説明するための図。

## 【符号の説明】

1 真空チャンバ

2 排気配管

3 基板

4 ホルダ

5 液体窒素シュラウド

6 ノズル

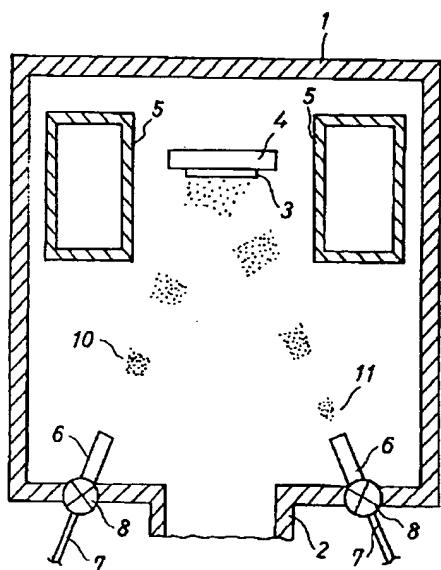
(4)

特開平5-206036

5

7 ガス供給配管  
8 高速開閉バルブ

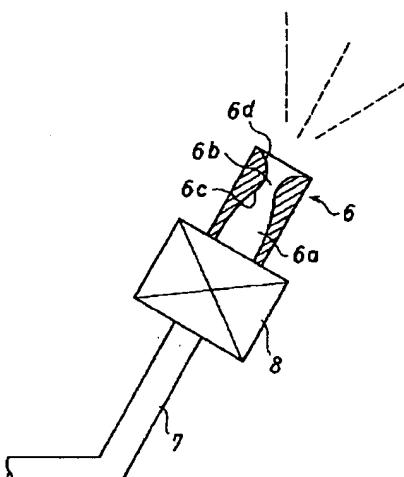
【図1】



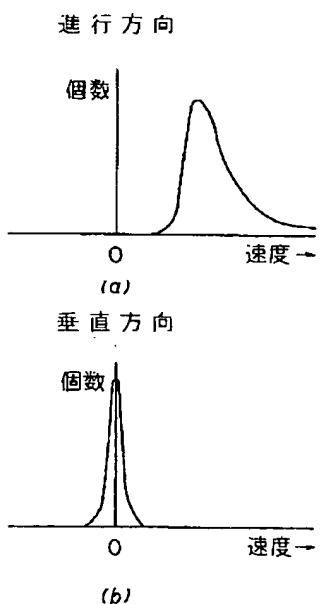
6

10 トリメチルガリウムガス分子の分子パルス  
11 アルシンガス分子の分子パルス

【図2】



【図3】



【図4】

